

Polishing Composition for Memory Hard Disk Substrates

Patent Number: ☐ [GB2359558](#)
Publication date: 2001-08-29
Inventor(s): OWAKI TOSHIKI (JP); RADER W SCOTT (US); SHEMO DAVID M (US)
Applicant(s): FUJIMI AMERICA INC (US)
Requested Patent: JP2001288456
Application Number: GB20010004023 20010219
Priority Number(s): US20000511910 20000223; US20000544287 20000406
IPC Classification: C09G1/02
EC Classification: [C09G1/02](#)
Equivalents:

Abstract

An aqueous polishing composition for polishing a memory hard disk substrate, which has a pH in the range 1.9 to 7 and comprises at least the following components:

“(a) from 0.1 to 50 wt%, based on the total amount of the polishing composition, of at least one abrasive selected from silicon dioxide, aluminum oxide, cerium oxide, zirconium oxide, titanium oxide, silicon nitride and manganese dioxide,

“(b) from 0.001 to 10 wt%, based on the total amount of the polishing composition, of at least one periodate selected from periodic acid, potassium periodate, sodium periodate and lithium periodate, and optionally

“(c) from 0.01 to 30 wt%, based on the total amount of the polishing composition, of at least one peroxydisulfate salt selected from ammonium peroxydisulfate, potassium peroxydisulfate and sodium peroxydisulfate,

“provided that, if component (c) is absent, there is present (d) a buffer component to adjust the pH of the polishing composition to a value in the range 2 to 5.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-288456

(P2001-288456A)

(43)公開日 平成13年10月16日(2001.10.16)

(51)Int.Cl.

C 0 9 K 3/14

識別記号

5 5 0

F I

C 0 9 K 3/14

特開2001-288456 (参考)

5 5 0 D

5 5 0 Z

B 2 4 B 37/00

B 2 4 B 37/00

H

G 1 1 B 5/84

G 1 1 B 5/84

A

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 9 頁)

(21)出願番号

特開2001-47486(P2001-47486)

(22)出願日

平成13年2月23日(2001.2.23)

(31)優先権主張番号

0 9 / 5 1 1 9 1 0

(32)優先日

平成12年2月23日(2000.2.23)

(33)優先権主張国

米国 (US)

(31)優先権主張番号

0 9 / 5 4 4 2 8 7

(32)優先日

平成12年4月6日(2000.4.6)

(33)優先権主張国

米国 (US)

(71)出願人 500452640

フジミアメリカ インコーポレーテッド
アメリカ合衆国、97070 オレゴン州、ウ
ィルソンビル、サウスウエスト コマース
サークル 9949

(72)発明者

ダブリウ、スコット レイダー
アメリカ合衆国、97140 オレゴン州、サ
ウスウエスト グリーンゲイト シャーウ
ッド 17116

(74)代理人 100061273

弁護士 佐々木 宗治 (外3名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 研磨用組成物およびそれを用いたメモリハードディスク製造方法

(57)【要約】

(修正有)

【課題】 大きい研磨速度を有し、表面粗さが小さく、
表面欠陥のない優れた表面をもたらす、メモリハードデ
ィスク研磨用組成物およびそれを用いた研磨方法を提供
する。【解決手段】 メモリハードディスク研磨用組成物およ
びそれを用いた研磨方法であって、この研磨用組成物が
少なくとも以下の構成要素 (a) ~ (c) を含むと共に、
pH値が2~7であることを特徴とするメモリハー
ドディスク研磨用組成物。(a) 前記研磨用組成物の全重量に対して0.1~5.0
%の、二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウ
ム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および
二酸化マグネシウム からなる群より選ばれる少なくとも
一種類の研磨材、(b) 前記研磨用組成物の全重量に対
して、0.001~1.0%の、過ヨウ素酸、過ヨウ素酸
カリウム、過ヨウ素酸ナトリウム および過ヨウ素酸リチ
ウム からなる群より選ばれる少なくとも一種類の過ヨウ
素酸塩、(c) 水。

BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 メモリハードディスク研磨用組成物であって、この組成物が、少なくとも以下の構成要素 (a) ~ (c) を含むと共に、pH が 2~7 の範囲に調整されていることを特徴とする研磨用組成物。

(a) 研磨用組成物の全重量に対して、0.1~5.0% の、二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガランからなる群より選ばれる少なくとも一種類の研磨材、

(b) 研磨用組成物の全重量に対して、0.001~1.0% の、過ヨウ素酸、過ヨウ素酸カリウム、過ヨウ素酸ナトリウム および過ヨウ素酸リチウム からなる群より選ばれる少なくとも一種類の過ヨウ素酸塩、および、

(c) 水。

【請求項 2】 前記 pH を 2~7 の範囲に調整するものが、緩衝剤であることを特徴とする請求項 1 に記載の研磨用組成物。

【請求項 3】 更に、研磨用組成物の全重量に対して、0.01~3.0% の、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、ペルオキシ二硫酸カリウム およびペルオキシ二硫酸ナトリウム からなる群より選ばれる少なくとも一種類のペルオキシ二硫酸塩を含むことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の研磨用組成物。

【請求項 4】 前記緩衝剤が、有機酸、その塩またはそれらの混合物であることを特徴とする請求項 1~3 のいずれか 1 項 に記載の研磨用組成物。

【請求項 5】 前記緩衝剤が、クエン酸、リンゴ酸およびマレイン酸からなる群より選ばれる少なくとも一種類であることを特徴とする請求項 1~4 のいずれか 1 項 に記載の研磨用組成物。

【請求項 6】 前記緩衝剤が、マレイン酸、その塩またはそれらの混合物であることを特徴とする請求項 1~4 のいずれか 1 項 に記載の研磨用組成物。

【請求項 7】 前記緩衝剤が、無機酸、その塩またはそれらの混合物であることを特徴とする請求項 1~3 のいずれか 1 項 に記載の研磨用組成物。

【請求項 8】 前記緩衝剤が、塩酸または硝酸であることを特徴とする請求項 1~3、または 7 のいずれか 1 項 に記載の研磨用組成物。

【請求項 9】 前記研磨材が、コロイダルシリカである請求項 1~8 のいずれか 1 項 に記載の研磨用組成物。

【請求項 10】 請求項 1~9 のいずれか 1 項 に記載の研磨用組成物を用いて、メモリハードディスク用のサブストレートを研磨することを含むことを特徴とする、メモリハードディスク製造方法。

【請求項 11】 前記サブストレートが、Ni-P ディスク、またはアルミニウム ディスクであることを特徴とする請求項 10 に記載のメモリハードディスク製造方法。

【請求項 12】 あらかじめ少なくとも一度、予備研磨工程が行われた Ni-P ディスクまたはアルミニウム ディスクが、前記研磨用組成物を用いて、仕上研磨を行うことを特徴とする、請求項 10 または 11 に記載のメモリハードディスク製造方法。

【請求項 13】 仕上研磨前の Ni-P ディスクまたはアルミニウム ディスクの表面粗さが、Ra の値にして 3.0 Å 以下であることを特徴とする、請求項 10~12 のいずれか 1 項 に記載のメモリハードディスク製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、メモリハードディスク、すなわちコンピューターなどに用いられる記憶装置に用いられる磁気ディスク用基盤の製造において、その表面を仕上研磨するのに好適な研磨用組成物に関するものである。更に詳しくは、本発明は、Ni-P ディスク、Ni-Fe ディスク、アルミニウム ディスク、ボロンカーバイドディスク、およびカーボンディスクなどに代表されるメモリハードディスクの製造に用いられる研磨用組成物に関するものであり、特に、表面粗さが小さい高表面に仕上げる研磨工程において、研磨速度が大きいと共に、高い容量と高い記録密度を有する磁気ディスク装置に有用な優れた仕上げ加工表面を得るための製造技術に適用可能な研磨用組成物に関するものである。また、本発明は、前記の研磨用組成物を用いて、メモリハードディスクを研磨する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 コンピューター等の記憶媒体の一つである、磁気ディスク装置に用いられるメモリハードディスクは、小型化、高容量化の一途をたどっており、磁気媒体は、従来の塗布型から、スパッタリングやメッキまたは他の方法による薄膜媒体へと変わりつつある。

【0003】 現在、最も広く用いられているディスク基盤（以下、「サブストレート」という）は、ブランク材に無電解 Ni-P メッキを成膜したものである。ブランク材とは、サブストレートの基材であるアルミニウム およびその他の基板を、平坦度を持たせる目的で、ダイアターンによる旋盤加工、SiC 研磨材を固めて作られた PVA 砥石を用いたラッピング加工または他の方法によって、整形することによって得られるものである。

【0004】 しかし、こうした各種の整形方法では、比較的大きなうねりを完全に除くことは困難である。そして、ブランク材に成膜される無電解 Ni-P メッキも、前記ブランク材のうねりに沿って成膜されてしまう。従って、サブストレートにもそうしたうねりが残ってしまうことがあり、またノジュールや大きなビットが発生することがある。ここで、「ノジュール」とは、Ni-P 成膜前のアルミニウム 基盤上に不純物が付着していたり、Ni-P メッキの膜の中に不純物を取り込まれることにより、その部分のメッキ表面が盛り上がり成膜さ

BEST AVAILABLE COPY

れることによって発生する。直径がおおよそ50 μ m以上の彫らみのことである。また、「ビット」とは、研磨によりサブストレートの表面に発生したへこみのことであり、また、「微細なビット」とは、そうしたビットのうち直径が約10 μ m未満のもののことである。

【0005】一方、メモリハードディスクの高容量化に伴い、面記録密度は年に数十%の割合で向上している。従って、記録される所定量の情報が占めるメモリハードディスク上のスペースは、より狭くなり、記録に必要な磁力は弱くなってきている。よって、最近の磁気ディスク装置では、磁気ヘッドとメモリハードディスクの隙間であるヘッド浮上高を小さくする必要があり、現在では、ヘッドの浮上高は10マイクロナンチ（約0.025 μ m）以下にまで及んでいる。

【0006】また、情報の読み書きを行う磁気ヘッドがメモリハードディスクに吸着すること、およびサブストレート表面に研磨による、メモリハードディスクの回転方向とは異なる一定方向の筋目がつくことにより、メモリハードディスク上の磁界が不均一になることを防止する目的で、研磨後のサブストレートに同心円状の筋目をつける、いわゆるテクスチャー加工が行われることがある。近年では、ヘッドの浮上高をさらに低くするため、サブストレート上に施す筋目をより薄くしたライトテクスチャー加工が行われたり、あるいは、テクスチャー加工を施さないで筋目の無いノンテクスチャーのサブストレートも用いられるようになってきている。磁気ヘッドのそのような低浮上化をサポートする技術も開発され、ヘッドの低浮上化がますます進んでいる。

【0007】メモリハードディスク表面にうねりがあった場合、非常に速い速度で回転するメモリハードディスクはうねりに追従してヘッドが上下に動く。しかし、そのうねりが特定の高さを超え、あるいはそのピッチに対して高さが小さいと、ヘッドはもはやうねりを追従しきれなくなる。そして、ヘッドがサブストレート表面に衝突し、いわゆる「ヘッドクラッシュ」が発生する。これにより、メモリハードディスク表面上の磁気媒体や磁気ヘッドを損傷させてしまうことがあり、磁気ディスク装置にトラブルを発生させたり、情報の読み込みあるいは書き込みにおいてエラーを発生させる原因となることがある。

【0008】一方、メモリハードディスク表面に数 μ mの微小な突起があった場合にも、ヘッドクラッシュが発生する可能性がある。また、サブストレート上にビットが存在する場合、情報が完全に書き込まれず、いわゆる「ビット落ち」と呼ばれる情報欠落や情報の読み取り不良が起ってエラーが発生する原因となることがある。

【0009】従って、研磨工程、すなわち磁気媒体を形成させる工程の前の工程において、サブストレート表面の粗さを最小限にすることが重要であると共に、比較的大きなうねり、微小な突起、ビットおよび他の表面欠陥

を完全に除去することが必要である。

【0010】前記目的のために、酸化アルミニウム、もしくは他の各種研磨材、水ならびに各種の研磨促進剤を含む研磨用組成物（以下、その性状から「スラリー」という）を用いて、1回の研磨工程によって仕上げられることが一般的であった。しかし、1回の研磨工程では、サブストレート表面の比較的大きなうねりやノジュールおよび大きなビットなどの表面欠陥を除去し、且つ一定時間内に表面粗さを最小にすることのすべてを満足することは困難であった。従って、2段階以上におよぶ研磨プロセスが検討されるようになった。

【0011】研磨工程が2段階である場合、1段目の研磨の主な目的は、サブストレート表面の比較的大きなうねりやノジュール、および大きなビットなどの表面欠陥を除去すること、すなわちなめらかに整形することである。従って、表面粗さを小さくすることよりは、むしろ、2段目の仕上げ研磨で除去できない深いスクラッチを発生させずに、前記のうねりや表面欠陥に対して加工修正能力の大きい研磨用組成物が要求される。

【0012】2段目の研磨、すなわち仕上げ研磨の目的は、サブストレートの表面粗さを最小にすることである。従って、その研磨用組成物は、1段目の研磨で要求されるような、大きなうねりや表面欠陥に対して加工修正能力が大きいことよりも、むしろ、表面粗さを小さくすることが可能であり、微小な突起、微細なビットあるいは他の表面欠陥の発生を防止できることが重要である。更には、生産性の観点から、研磨速度が大きいことも重要である。なお、表面粗さの程度は、サブストレートの製造工程、メモリハードディスクとしての最終的な記録容量およびその他の条件に応じて決定される。しかし、求められる表面粗さの程度に応じて、2段階以上の研磨工程が採用される。

【0013】また、近年では、加工コスト削減のため、PVA砥石によるブランク材の加工において改良がなされてきた。この改良により、研磨用組成物を使用する前にブランク材の表面粗さを減少させ、研磨前のメッキ基板の表面粗さやうねり等の品質を、従来の1段目の研磨後の品質にすることが考えられている。そのような加工が行われれば、1段目の加工は不要となり、いわゆる仕上げ研磨のみの加工を行うことも可能である。

【0014】前記の目的のため、特に仕上げ研磨において、酸化アルミニウム、または他の研磨材を徹底的に粉砕して適切な粒子径に整え、これに水を加えたものに、硝酸アルミニウムや各種の有機酸および他の研磨促進剤を加えて調整された研磨用組成物、あるいはコロイダルシリカおよび水を含む研磨用組成物によって研磨が行われてきた。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】しかし、前者の研磨用組成物を使用した研磨では、メカニカル成分とケミカル

BEST AVAILABLE COPY

成分のバランスが悪いため、微小突起や微細なピットが発生するという問題があった。また、後者の研磨用組成物を使用した研磨では、研磨速度が小さすぎるために研磨に長い時間がかかり、生産性が低く、サブストレート端面のダシの指標であるロール・オフ（「ダブ・オフ」ともいう）が劣化する。更には研磨後の洗浄が困難である、という問題が起こることがあった。

【0016】前記の問題を解決すべく、特開平10-204416号公報には、研磨材および鉄化合物を含む研磨用組成物が提案されている。この文献に開示されている研磨用組成物は、前記の問題を解決したものであり、研磨速度が大きく、表面粗さの小さい被研磨面を得ることができる。しかし、本件の発明者による更なる検討の結果、このような研磨用組成物を用いて大きい研磨速度を確保するためには、大量の鉄化合物、特に硫酸第二鉄、もしくは硫酸第三鉄が必要であることが判明した。しかし、上記の鉄化合物は強酸性を示すものであり、それらを十分な研磨速度が得られるように添加した場合、研磨用組成物のpHは2、0より低くなってしまうことがある。そのため、輸送、保管等の各種法規制上問題が生じたり、使用者の皮膚に刺激を与えたり、研磨機に腐食が発生するなどの問題が生じている。

【0017】本発明の目的は、前記の問題を解決すること、そして研磨用組成物に求められていたような、大きい研磨速度を有すると共に、微小な突起、微細なピットおよび他の表面欠陥の発生防止が可能であり、そのpHが2、0より高くても大きい研磨速度を達成できる研磨用組成物を提供することである。

【0018】

【課題を解決するための手段】本発明は、メモリハードディスクの研磨用組成物に関するものであって、少なくとも以下の（a）～（c）からなる構成要素を含むと共に、pHが2～7の範囲に調整されているものである。

【0019】（a）研磨用組成物の全重量に対して、0、1～50%の二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガランからなる群より選ばれた少なくとも一種類の研磨材、（b）研磨用組成物の全重量に対して、0、001～10%の過ヨウ素酸、過ヨウ素酸カリウム、過ヨウ素酸ナトリウムおよび過ヨウ素酸リチウムからなる群より選ばれた少なくとも一種類の過ヨウ素酸塩、および、（c）水。

【0020】また、本発明は、前記pHを2～7の範囲に調整するものが、緩衝剤であり、更に、研磨用組成物の全重量に対して、0、01～30%の、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、ペルオキシ二硫酸カリウムおよびペルオキシ二硫酸ナトリウムからなる群より選ばれた少なくとも一種類のペルオキシ二硫酸塩を含むことを特徴とする研磨用組成物である。

【0021】前記緩衝剤が、有機酸、その塩またはそれ

らの混合物であり、また前記緩衝剤が、クエン酸、リンゴ酸およびマレイン酸からなる群より選ばれた少なくとも一種類であり、前記緩衝剤が、マレイン酸、その塩またはそれらの混合物であることを特徴とする研磨用組成物である。

【0022】前記緩衝剤が、無機酸、その塩またはそれらの混合物であり、また前記緩衝剤が塩酸または硝酸であり、更にまた、前記研磨材が、コロイダルシリカであることを特徴とする研磨用組成物である。

【0023】また、メモリハードディスク製造方法であって、この方法が、前記の研磨用組成物によって、メモリハードディスク用のサブストレートを研磨することを含む、メモリハードディスク製造方法を提供するものであり、また前記サブストレートが、NIPディスク、またはアルミニウムディスクであることを特徴とするメモリハードディスク製造方法である。

【0024】また、本発明のメモリハードディスク製造方法は、あらかじめ少なくとも一度、予備研磨工程が行われたNIPディスクまたはアルミニウムディスクが、前記研磨用組成物を用いて、仕上研磨を行うことを特徴とし、更に、仕上研磨前のNIPディスクまたはアルミニウムディスクの表面粗さが、Raの値にして30Å以下であることを特徴とするメモリハードディスク製造方法である。

【0025】本発明のメモリハードディスク製造用の研磨用組成物は、研磨速度が大きく、表面粗さの小さい研磨面をもたらすことができ、微小な突起、微細なピット、および他の表面欠陥の発生を防止でき、また、pHが2、0より高くても大きい研磨速度を達成することを可能にする。

【0026】また、本発明のメモリハードディスク製造方法によれば、研磨速度が大きく、表面粗さが小さく、微小な突起、微細なピット、あるいは他の表面欠陥が発生しないメモリハードディスクを得ることができる。

【0027】

【発明の実施の形態】研磨材

本発明の研磨用組成物の成分の中で主研磨材として使用するのに適している研磨材は、二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化チタン、窒化ケイ素、酸化ジルコニウムおよび二酸化マグネシウムからなる群より選ばれた。研磨材は、これらのうちのいずれかであれば、特に限定されないが、なかでも二酸化ケイ素が好ましい。二酸化ケイ素には、コロイダルシリカ、フェウムドシリカ、およびその他の、製造法や性状の異なるものが多種存在する。

【0028】また、酸化アルミニウムは、 α -アルミナ、 γ -アルミナ、 θ -アルミナ、 κ -アルミナおよび他の形態的に異なる物を含む。また、製造方法からフェウムドアルミナと呼ばれるものも含む。

【0029】酸化セリウムは、酸化数から3価のものと

BEST AVAILABLE COPY

4価のものを含む。また、結晶系で分類した場合、六方晶系、等軸晶系、面心立方晶系のものを含む。

【0030】酸化ジルコニウムは、結晶系から見て、単斜晶系、正方晶系、および非晶質のものを含む。また、製造法からフューム・ド・ジルコニアと呼ばれるものも含む。

【0031】酸化チタンは、結晶系から見て、一酸化チタン、三酸化二チタン、二酸化チタンおよびその他のものを含む。また、製造法からフューム・ド・チタニアと呼ばれるものも含む。

【0032】窒化ケイ素は、 α -窒化ケイ素、 β -窒化ケイ素、アモルファス窒化ケイ素、および他の形態的に異なる物を含む。

【0033】二酸化マンガンは、 α -二酸化マンガ、 β -二酸化マンガ、 γ -二酸化マンガ、 δ -二酸化マンガ、 ϵ -二酸化マンガ、 η -二酸化マンガ、および他の形態的に異なる物を含む。

【0034】本発明の組成物に関し、これらの研磨材を任意に、必要に応じて組み合わせて用いてもよい。研磨材を組み合わせて用いる場合には、その組み合わせ方や使用する割合は、特に制限されない。

【0035】これらの研磨材のうち、本発明の研磨材として用いるのに好ましい研磨材とは、コロイダルシリカである。コロイダルシリカを製造する方法としては、珪酸ナトリウムまたは珪酸カリウムをイオン交換して超微粒子コロイダルシリカを粒子成長させる方法、アルコキシランを酸またはアルカリで加水分解する方法、あるいは有機ケイ素化合物を湿式にて加熱分解する方法が一般的である。

【0036】また、市販されているコロイダルシリカを酸および/またはアルカリの添加、もしくはイオン交換によってpHを調整し、コロイダルシリカが高濃度でもコロイド状態を維持できるようにすることが可能である。そのようなコロイダルシリカのうち、pHを上げて調整したものを酸性シリカ、pHを下げて調整したものをアルカリ性シリカと称することがある。

【0037】前記研磨材は、珪粒として、メカニカルな作用により被研磨面を研磨するものである。そのうち、二酸化ケイ素の粒子径は、BET法により測定した表面積から求められる平均粒子径とした場合、一般に0.005~0.6 μ m、好ましくは0.01~0.2 μ mである。

【0038】同様に、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化チタンおよび窒化ケイ素の粒子径は、レーザー回折式粒度測定装置によって測定された平均粒子径とした場合、一般に0.01~1 μ m、好ましくは0.05~0.3 μ mである。また、酸化セリウムおよび二酸化マンガンの粒子径は、走査電子顕微鏡によって観察された平均粒子径とした場合、通常0.01~1 μ m、好ましくは0.05~0.3 μ mである。

【0039】これらの研磨材の平均粒子径がここに示す範囲を超えて大きいと、研磨された表面の表面粗さが大きかったり、スクラッチが発生したりするなどの問題があり、逆に、ここに示した範囲よりも小さいと、研磨速度が極端に小さくなってしまい実用的でない。

【0040】研磨用組成物中の研磨材の含有量は、用いられる研磨材の種類によっても異なるが、研磨材が二酸化ケイ素、もしくは酸化アルミニウムである場合、研磨用組成物の全重量に対して、一般に0.1~40%であり、好ましくは1.0~15%である。研磨材が酸化チタン、窒化ケイ素、もしくは二酸化マンガである場合、研磨用組成物の全重量に対して、一般に0.1~30%であり、好ましくは0.5~15%である。

【0041】研磨材が酸化セリウム、もしくは酸化ジルコニウムの場合、研磨用組成物の全重量に対して一般に0.5~50%であり、好ましくは1~25%である。研磨材の含有量が少なすぎると、研磨速度が小さくなる傾向があり、また、研磨材の含有量が多すぎると、均一分散が保てなくなり、組成物の粘度が高くなって取り扱いが困難となることがある。

【0042】研磨促進剤

また、本発明の研磨用組成物は、研磨促進剤として過ヨウ素酸塩を含むことを特徴とする。本発明の研磨用組成物中の過ヨウ素酸塩の含有量は、それぞれの化合物の効果により異なるが、研磨用組成物の全重量に対して一般には、0.001~10%であり、好ましくは0.01~5%、より好ましくは0.1~5%である。

【0043】過ヨウ素酸塩の添加量が少ないと、研磨用組成物におけるペルオキシ二硫酸塩のケミカルな効果が効率的に得られず、研磨速度が小さくなり、不経済である。一方、過ヨウ素酸塩が過度に多いと、研磨性能においてそれ以上の向上は得られないため、不経済である。

【0044】研磨促進剤補助剤

また、本発明の研磨用組成物は、必要により、ペルオキシ二硫酸塩を含んでよい。このペルオキシ二硫酸塩は、研磨促進剤補助剤として、過ヨウ素酸塩のケミカルな作用による研磨促進作用を促進するものであると推測される。ペルオキシ二硫酸塩の添加量は、前述の過ヨウ素酸塩の添加量にもよるが、研磨用組成物の全重量に対して、一般には0.01~30%であり、好ましくは0.1~10%である。ペルオキシ二硫酸塩の添加量が少ないと、研磨速度が小さくなり経済的でない。

【0045】一方、ペルオキシ二硫酸塩の添加量が多すぎると、研磨速度向上の度合いが小さくなり、経済的なデメリットが生じることもある。そればかりが、貯蔵中に過剰なペルオキシ二硫酸塩が分解して酸素が生じ、貯蔵中に容器内の圧力が高くなりすぎたり、極端な場合には、容器が破裂するという危険な状況をもたらすことも考えられるので、十分な注意が必要である。

【0046】緩衝剤

BEST AVAILABLE COPY

また、本発明の研磨用組成物は、必要により、pHを2～7の範囲に調整する緩衝剤を含んでよい。この緩衝剤は有機酸、無機酸または塩基、そのような酸もしくは塩基の塩、またはそれらの混合物のうちのいずれであってもよい。緩衝剤が、有機酸またはその塩である場合は、クエン酸、リンゴ酸、マレイン酸もしくはそれらの塩が特に好ましく、更に、マレイン酸、その塩もしくはその混合物が好ましい。そのような有機酸の効果は、研磨用組成物のpHを2～7、好ましくは2～5の範囲に調整することである。そのような効果は、必ずしも必要なものではないが、溶液の酸化還元電位は、酸性溶液中において増大することが知られており、pHを下げることで、より少ない量の過ヨウ素酸塩で大きな研磨速度が達成される。

【0047】緩衝剤の添加量があまりに少ない場合、致命的な問題はないが、大きな研磨速度を得るために多くの過ヨウ素酸塩を必要とするという問題が生じる。逆に、緩衝剤の添加量があまりに多いと、研磨用組成物のpHが低くなりすぎ、特にpHが2、0未満になってしまうと、使用者の皮膚に刺激を与えたり、研磨機に腐食を生じさせる可能性があり、その取り扱いに関して十分な注意が必要となる。

【0048】スラリーのpHを調整する上でより好ましい酸はマレイン酸である。それはマレイン酸が過ヨウ素酸塩の安定化を促進するであろうと推測される。また、研磨用組成物のpHを維持しつつ、より多くの酸を添加させるために、マレイン酸ナトリウム、もしくはマレイン酸カリウムなどのマレイン酸の塩を用いることや、アルカリを用いて、ある程度中和することができる。

【0049】前記のいずれかの方法によっても、pHを一定に維持しながら、酸の含有量を、つまりは緩衝剤能力を増加させることができる。他の種類の酸を用いることも可能であるが、その場合、過ヨウ素酸塩の長期間での安定性が減少するため、スラリーがピンク色に変色してヨウ素臭を放つ可能性があるため、注意が必要である。

【0050】緩衝剤として無機酸、その塩、またはそれらの混合物を用いる場合、これによって研磨用組成物のpHを2～3の範囲に調整することが好ましい。無機酸の種類としては、塩酸または硝酸が好ましい。

【0051】研磨用組成物

また、本発明の研磨用組成物は、比較的高濃度の原液として調製、貯蔵あるいは輸送をし、実際の研磨加工時に希釈して使用することもできる。前述の好ましい濃度範囲は、実際の研磨加工時のものとして記載したものであり、このような使用方法をとる場合、貯蔵または輸送されている状態においては、より高濃度の溶液となることは言うまでもない。更には、取り扱いやすさの観点から、研磨用組成物がそのような濃縮された形態で製造されることが好ましい。

【0052】また、本発明の研磨用組成物の貯蔵に際し、ペルオキシ二硫酸塩が分解するのを防ぐために、研磨用組成物を二またはそれ以上の組成物に分けた状態で保管してもよい。具体的には、研磨材、および過ヨウ素酸塩のみ、あるいは更に緩衝剤を高濃度の原液として調製、保存しておき、研磨直前にその原液を希釈する際にペルオキシ二硫酸塩、ペルオキシ二硫酸塩と緩衝剤、もしくはこれら二つの混合物を溶解させて所定の組成の研磨用組成物を得る方法が考えられる。さもなくば、過ヨウ素酸塩、ペルオキシ二硫酸塩および緩衝剤を所定比の粉末の形で混合して保管し、研磨直前に、必要に応じてこの混合物と研磨材を水に分散、溶解してもよい。このような方法を用いれば、比較的高濃度での保管が可能となる。

【0053】また、上記の研磨用組成物を調製する際、製品の品質保持や安定化を図る目的や、被加工物の種類、加工条件、およびその他の研磨加工上の必要に応じて、各種の公知の添加剤を更に加えてもよい。そのような添加剤の好適な例には、(a)セルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、および他のセルロース類、(b)エタノール、プロパノール、エチレングリコール、および他の水溶性アルコール類、(c)アルキルベンゼンスルホン酸ソーダ、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物、および他の界面活性剤、(d)リグニンスルホン酸塩、ポリアクリル酸塩、および他の有機ポリアニオン系物質、(e)ポリビニルアルコール、および他の水溶性高分子(乳化剤)類、(f)過酸化水素、過マンガン酸カリウム、過硫酸カリウム、および他の酸化剤、および(g)アルギン酸ナトリウム、炭酸水素カリウム、および他の緩衝剤が含まれる。

【0054】なお、本発明の研磨用組成物が、サブストレートの研磨において、研磨速度が大きく、表面粗さが小さな研磨面を得ることができるとともに、微小な突起、微細なピット、およびその他の表面欠陥の発生が少ない理由についての詳細な機構は明確に理解されていないが、Ni-Pメッキしたサブストレートを例に挙げると、以下のように推察される。

【0055】Ni-Pメッキを研磨する速度が大きい理由については、過ヨウ素酸塩の作用によってNi-Pメッキ表面が酸化され、これにより表面が脆くなって、研磨剤の機械的作用によって容易に除去されるものと考えられる。

【0056】また、過ヨウ素酸塩は、ヨウ素、各種のヨウ素酸塩およびヨウ化物に分解されやすい物質である。マレイン酸などの緩衝剤を用いることにより過ヨウ素酸塩を分解に対して安定させ、これにより過ヨウ素酸塩の効果を維持できると考えられる。

【0057】また、研磨用組成物中のペルオキシ二硫酸塩は、過ヨウ素酸塩の酸化作用を補助する。一方、ペル

BEST AVAILABLE COPY

オキシ二硫酸塩は、N i - P メッキ表面に対して適切な酸化作用をもたらす。その結果、表面粗さが小さく、且つ微小な突起、微細なピット、および他の表面欠陥が少なくなるものと考えられる。

【0058】メモリハードディスクの製造方法
本発明によるメモリハードディスクの製造方法は、前記の研磨用組成物を用いてメモリハードディスクを研磨することを含んでなる。

【0059】研磨する対象となるメモリハードディスクのサブストレートには、例えば、N i - P ディスク、N i - F e ディスク、アルミニウム ディスク、ボロンカーバイドディスク、カーボンディスクがある。これらのうち、N i - P ディスクあるいはアルミニウム ディスクであることが好ましい。

【0060】本発明のメモリハードディスクの製造方法は、前記した研磨用組成物を用いられる限り、従来のいかなるメモリハードディスクの研磨方法や研磨条件を組み合わせてもできる。

【0061】例えば、研磨機として、片面研磨機、両面研磨機、および他を使用することができる。また、研磨パッドは、スエードタイプ、不織布タイプ、植毛布タイプ、起毛タイプ等を用いることができる。

【0062】また、本発明のメモリハードディスクの製造方法に用いられる研磨用組成物は、研磨速度が大きくと同時に、より平坦な研磨面が得られることから、研磨工程を1段階で行うことも可能であるが、研磨工程を条

件の異なった、2段階以上で行うこともできる。研磨工程が2段階以上で行われる場合、前記した研磨用組成物を用いた研磨工程を最終の研磨工程とすること、すなわち予備研磨されたサブストレートに対して、前記した研磨用組成物を用いて研磨することが好ましい。更には、本発明の研磨用組成物による研磨をより効率的に行うためには、予備研磨されたサブストレートの表面粗さは、接触式表面粗さ計を用いた測定方法において、R a が30Å以下に調整されていることが好ましい。

【0063】以下は、本発明の研磨用組成物を例を用いて具体的に説明するものである。なお、本発明は、その要旨を超えない限り、以下に説明する諸例の構成に限定されるものではない。

【0064】研磨用組成物の調製

まず、過ヨウ素酸塩、ペルオキシ二硫酸塩、緩衝剤、およびコロイダルシリカ(BET法により測定された平均粒子径: 0.035μm)をそれぞれ表1に記載されたとおり添加、混合して、実施例1~16およびこれに対する比較例1~6の試料を調整した。

【0065】研磨試験

その後、前記の研磨用組成物にて、DISK LITE-1312(株式会社フジミインコーポレーテッド社製)で1段階研磨済みのサブストレートを用いて研磨試験を行った。研磨条件は以下のとおりであった。

【0066】

研磨条件

研磨機:	両面研磨機
被加工物:	0.5" 無電解N i - P サブストレート (1段階研磨済み、表面粗さ: R a = 16Å)
研磨枚数:	(2枚/1キャリア) × 5キャリア × 2バッチ = 20枚
研磨パッド:	Politec DPC 5350 (アメリカ合衆国Rode I社製)
加工圧力:	60g/cm ²
定盤回転数:	40回転/分
研磨用組成物供給量:	100cc/分
研磨時間:	12分

【0067】研磨後、サブストレートを順次洗浄、乾燥した後、研磨によるサブストレートの重量減を測定した。測定は、研磨された20枚全てについて行い、その平均から研磨速度を求めた。得られた結果は表1に示す

とおりであった。

【0068】

【表1】

BEST AVAILABLE COPY

実施例 番号	コロイダル シリカ (重量%)	コロイダル シリカ (wt%)	過ヨウ素酸塩 (g/g)	ペルオキシ 二硫酸塩 (g/g)	緩衝剤	pH	研磨速度 (rpm/min)			
実施例1	酸性	8.3	NaIO ₃	15.0	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0	4.2	0.23		
実施例2	酸性	6.9	NaIO ₃	12.0	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0	4.4	0.10		
実施例3	アルカリ性	6.9	NaIO ₃	12.0	Na ₂ S ₂ O ₈	20.0	4.4	0.10		
実施例4	アルカリ性	6.9	NaIO ₃	7.0	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0	クエン酸	1.5 g/g	2.9	0.19
実施例5	アルカリ性	6.9	NaIO ₃	7.0	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0	リンゴ酸	1.3 g/g	2.4	0.20
実施例6	酸性	7.1	NaIO ₃	7.0	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0	マレイン酸	1.3 g/g	3.0	0.20
実施例7	アルカリ性	7.2	LiH ₂ IO ₆	7.8	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0	マレイン酸	1.3 g/g	2.9	0.19
実施例8	アルカリ性	7.2	KIO ₄	7.5	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0	マレイン酸	1.3 g/g	2.9	0.21
実施例9	アルカリ性	7.2	HIO ₄ ·2H ₂ O	7.5	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0	マレイン酸	1.3 g/g	1.9	0.15
実施例10	アルカリ性	7.2	HIO ₄ ·2H ₂ O	7.5	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0	マレイン酸	1.3 g/g	3.4	0.23
実施例11	酸性	7.2	NaIO ₃	7.0			マレイン酸	0.60 g/g	2.7	0.18
実施例12	アルカリ性	7.2	NaIO ₃	7.0			マレイン酸	1.25 g/g	3.0	0.20
実施例13	アルカリ性	7.2	NaIO ₃	5.0			マレイン酸	1.25 g/g	3.0	0.18
実施例14	アルカリ性	7.2	NaIO ₃	10.0			マレイン酸	2.10 g/g	2.5	0.23
実施例15	酸性	7.3	NaIO ₃	7.0			0.5N 塩酸	7 m/g	2.9	0.14
実施例16	酸性	7.3	NaIO ₃	7.0			65% 塩酸	0.5 m/g	2.6	0.15
比較例1	アルカリ性	7.1			Na ₂ S ₂ O ₈	10.0			8.0	0.09
比較例2	酸性	6.9	NaIO ₃	13.0	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0			4.4	0.10
比較例3	酸性	7.2	NaIO ₃	7.0	Na ₂ S ₂ O ₈	10.0			7.2	0.12
比較例4	酸性	6.9	NaIO ₃	7.0					4.7	0.11
比較例5	アルカリ性	6.9	NaIO ₃	7.0					7.2	0.06
比較例6	アルカリ性	6.9	NaIO ₃	16.0					6.6	0.12

* pH を上げさせるため N = OH を添加

【0069】表1に示された結果から、本発明の研磨用組成物は、比較例である過ヨウ素酸塩のみを含む組成物、ペルオキシ二硫酸塩のみを含む組成物、あるいは過ヨウ素酸塩の代わりにヨウ素酸塩を添加した組成物と比較して、高い研磨性能を発揮することが可能であることがわかった。また、緩衝剤が加えられると、緩衝剤が全く加えられない場合と比較して、より少ない量の過ヨウ素酸塩を用いても、ほぼ同様の研磨性能を得ることができる。

【0070】また、接触式表面粗さ計 Tencor P 12 (アメリカ合衆国 Tencor Instrument 社製) を用いて、サブストレートの表面粗さを測定した結果、実施例・比較例の間に実質的な差異はなく、

共に R_a の値にして 4.0 Å 未満の非常に平滑な面を得ていることがわかった。また、暗室内にてスポットライト下で肉眼にてスクラッチを確認したところ、実施例および比較例との間にスクラッチ量の差は無く、共にスクラッチの少ない良好な面が得られたことがわかった。

【0071】前述のように、本発明の研磨用組成物は、大きい研磨速度を有すると共に、表面粗さの小さな研磨面をもたらすことが可能であり、また、微小な突起、微細なピットおよび他の表面欠陥の発生防止が可能である。また、その pH が 2.0 より高くても大きい研磨速度をもたらすことがわかった。

【0072】

【発明の効果】1) 本発明は、前述の (a) ~ (c) が

BEST AVAILABLE COPY

らなる構成要素を含むと共に、pHを2〜7の範囲に調整されていることを特徴とする研磨用組成物により、高い研磨速度を有し、表面粗さが小さく、優れた表面をもたらすメモリハードディスクの研磨を行うことができる。

【0073】2) 前記pHを2〜7の範囲に調整するものが、緩衝剤であることを特徴とする本発明の研磨用組成物により、また、3) 更に、研磨用組成物の全重量に対して0.01〜30%の、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、ペルオキシ二硫酸カリウム およびペルオキシ二硫酸ナトリウム からなる群より選ばれた少なくとも一種類のペルオキシ二硫酸塩を含むことを特徴とする本発明の研磨用組成物により、大きい研磨速度を有し、表面粗さが小さく、優れた表面をもたらすメモリハードディスクの安定した研磨を行うことができる。

【0074】4) 前記緩衝剤を、有機酸、その塩、またはそれらの混合物とした、また、5) 前記緩衝剤が、クエン酸、リンゴ酸およびマレイン酸からなる群より選ばれた少なくとも一種類とした、更にまた、6) 前記緩衝剤を、マレイン酸、その塩またはそれらの混合物とした、本発明の研磨用組成物により、より少ない量の過ヨウ素酸塩の使用、過ヨウ素酸塩の長期間安定化を図ることができる、大きい研磨速度を維持して、表面粗さが小さく、表面欠陥のない優れた表面を得ることができる。

【0075】また、7) 前記緩衝剤を、無機酸、その塩、またはそれらの混合物とした、更に、8) 前記緩衝剤を、塩酸または硝酸とした、更にまた、9) 前記研磨材を、コロイダルシリカとした、本発明の研磨用組成物により、より使い勝手の良い形で、且つ、大きい研磨速度と、良好で小さい表面粗さをもたらすメモリハードディスクの研磨面を得ることができる。

【0076】10) 前記本発明の研磨用組成物を用いて、メモリハードディスク用のサブストレートを研磨するメモリハードディスク製造方法により、大きな研磨速度が得られ、且つ、表面欠陥のない優れた表面を有する、メモリハードディスクを製造することができる、またその小型化、高密度化を図ることができる。

【0077】また、11) 前記サブストレートを、Ni-Pディスクまたはアルミニウム ディスクとすることにより、12) あらかじめ少なくとも一度、予備研磨工程が行われたNi-Pディスクまたはアルミニウム ディスクを、前記研磨用組成物を用いて仕上研磨を行うことにより、更に、13) 仕上研磨前のNi-Pディスクまたはアルミニウム ディスクの表面粗さが、R_aの値にして30Å以下とすることにより、本発明のメモリハードディスク製造方法は、より確実に、且つ、良好で微細な表面粗さを持ち、表面欠陥のない集積密度の優れた、メモリハードディスクを得ることを可能とした。

フロントページの続き

(72)発明者 デイビッド エム・シモ
アメリカ合衆国、97006 オレゴン州、サ
ウスウエスト リサ ドライブ アロハ
19425

(72)発明者 大脇 寿樹
愛知県江南市和田町宮65-1

BEST AVAILABLE COPY